



PCT

特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類7 C30B 29/06, H01L 21/322, 27/12		A1	(11) 国際公開番号 WO00/55397
			(43) 国際公開日 2000年9月21日(21.09.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP00/01124		(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)(JP/JP) 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP)	
(22) 国際出願日 2000年2月25日(25.02.00)		(72) 発明者 ; および (75) 発明者 / 出願人 (米国についてのみ) 阿部孝夫(ABE, Takao)(JP/JP) 相原 健(AIHARA, Ken)(JP/JP) 秋山昌次(AKIYAMA, Shoji)(JP/JP) 曲 偉峰(QU, Weifeng)(JP/JP) 速水善範(HAYAMIZU, Yoshinori)(JP/JP) 斉藤 樹(SAITO, Shigeru)(JP/JP) 〒379-0196 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gumma, (JP)	
(30) 優先権データ 特願平11/70963 1999年3月16日(16.03.99) JP 特願平11/241370 1999年8月27日(27.08.99) JP		(74) 代理人 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo, (JP)	
		(81) 指定国 JP, KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)	
		添付公開書類 国際調査報告書	
(54)Title: PRODUCTION METHOD FOR SILICON WAFER AND SILICON WAFER			
(54)発明の名称 シリコンウエーハの製造方法及びシリコンウエーハ			
<p> A'...PRE-DOPOR HEAT TREATING B'...POST-DOPOR HEAT TREATING C'...RESISTIVITY (Ω·CM) D'...RESIDUAL INTERSTITIAL OXYGEN CONCENTRATION (ppma-JEIDA) </p>			
(57) Abstract			
<p>A silicon wafer production method comprising the steps of growing, by a Czochralski method, a silicon single crystal bar having a resistivity of at least 100 Ω·cm and an initial interstitial oxygen concentration of 10 to 25 ppma, processing the silicon single crystal bar into a wafer, and oxygen-precipitation-heat-treating the wafer to reduce a residual interstitial oxygen concentration in the wafer to up to 8 ppma. A silicon wafer produced as above is small in resistivity reduction when heat-treated during a device production or the like. A silicon wafer produced and heat-treated to have the above initial interstitial oxygen concentration and residual interstitial oxygen concentration independently of resistivity can eliminate slip dislocation in the subsequent heat treating. An epitaxial layer formed on the surface of the silicon wafer can form a high-resistivity epitaxial wafer free from slip dislocation and applicable to various devices.</p>			

BEST AVAILABLE COPY

(57)要約

チョクラルスキー法により抵抗率が $100\Omega\cdot\text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10\sim 25\text{ppma}$ であるシリコン単結晶棒を育成して、該シリコン単結晶棒をウェーハに加工し、該ウェーハに酸素析出熱処理を行なって、ウェーハ中の残留格子間酸素濃度を 8ppma 以下としてシリコンウェーハを製造する。このように製造されたシリコンウェーハは、デバイス製造等における熱処理を受けても抵抗率の低下が少ない。また、抵抗率に関係無く上記初期格子間酸素濃度及び残留格子間酸素濃度となるようにシリコンウェーハを作製・熱処理することでその後の熱処理工程でのスリップ転位が無くなる。さらに、本発明に係るシリコンウェーハの表面にエピタキシャル層を形成させることにより、スリップ転位等が無く、各種デバイスに適用できる高抵抗率のエピタキシャルウェーハとなる。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AG	アンティグア・バーブーダ	DZ	アルジェリア	LC	セントルシア	SD	スーダン
AL	アルバニア	EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LS	レソト	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LT	リトアニア	SL	シエラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	SZ	スワジランド
BE	ベルギー	GE	グルジア	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴ
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BR	ブラジル	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR	トルコ
BY	ベラルーシ	GW	ギニア・ビサウ		共和国	TT	トリニダード・トバゴ
CA	カナダ	HR	クロアチア	ML	マリ	TZ	タンザニア
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MN	モンゴル	UA	ウクライナ
CG	コンゴ	ID	インドネシア	MR	モーリタニア	UG	ウガンダ
CH	スイス	IE	アイルランド	MW	マラウイ	US	米国
CJ	コートジボアール	IL	イスラエル	MX	メキシコ	UZ	ウズベキスタン
CM	カメルーン	IN	インド	MZ	モザンビーク	VN	ヴェトナム
CN	中国	IS	アイスランド	NE	ニジェール	YU	ユーゴスラヴィア
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NL	オランダ	ZA	南アフリカ共和国
CU	キューバ	JP	日本	NO	ノルウェー	ZW	ジンバブエ
CY	キプロス	KE	ケニア	NZ	ニュージーランド		
CZ	チェコ	KG	キルギスタン	PL	ポーランド		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	PT	ポルトガル		
DK	デンマーク	KR	韓国	RO	ルーマニア		

明 細 書

シリコンウエーハの製造方法及びシリコンウエーハ

5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法によって製造されたシリコンウエーハに熱処理を加えて、高抵抗率であってかつゲッタリング能力も高いシリコンウエーハの製造方法及び該性質を有するシリコンウエーハ、並びにデバイス製造工程等の熱処理工程で発生しがちなスリップ転位を抑制することができるシリコンウエーハの製造方法及び該性質を有するシリコンウエーハに関する。

背景技術

従来から高耐圧パワーデバイスやサイリスタ等のパワーデバイス用に高抵抗率のフローティングゾーン法（FZ法）により製造されたシリコンウエーハが使用されてきた。しかし、FZ法では直径200mmのシリコンウエーハを作製することは困難であり、300mm以上になると現状の技術では不可能である。また、通常のFZウエーハの面内抵抗率分布は、マクロの抵抗率分布およびミクロの抵抗率分布いずれの場合もCZウエーハに比べて劣る。これを改善する手法として中性子照射を用いる方法があるが、この方法では導電型がN型のウエーハのみしか作製できない上、コスト高となる欠点がある。

これに対しチョクラルスキー法（CZ法）は、抵抗率の面内分布に優れたウエーハが作製できる上、直径が200mmおよび300mmの大口径ウエーハも既に作製されており、さらに、400mmあるいはそれ以上についても十分に作製可能と考えられるので、CZ法によるシリコンウエーハが将来的に有望である。

特に近年、移動体通信用の半導体デバイスや、最先端のC-MOSデ

バイスでは寄生容量の低下が必要であり、このために大直径で高抵抗率のシリコンウエーハが必要となる。また、信号の伝送ロスやショットキーバリアダイオードにおける寄生容量の低下に高抵抗率の基板を用いることの効果が報告されている。そのため、CZ法で高抵抗率（少なくとも100 $\Omega \cdot \text{cm}$ ）のウエーハを製造する方法が必要とされている。

また、前記半導体デバイスを更に高性能にするために、いわゆるSOI (Silicon On Insulator) ウエーハが用いられることもある。このSOIウエーハの代表的な製造方法としてウエーハ貼り合わせ法がある。この方法は、デバイス形成層となるボンドウエーハと支持基板となるベースウエーハとを酸化膜を介して密着させる工程と、熱処理を加えて両者を強固に結合する工程と、ボンドウエーハを薄膜化してSOI層とする工程とを有するものである。このような方法で製造された貼り合わせSOIウエーハを用いて半導体デバイスを製造する場合においても、前述したウエーハの大直径化や信号の伝送ロス等の問題を解決するためには、CZ法で高抵抗率のウエーハをベースウエーハとして用いることが要求される。

しかし、CZ法では、石英製のルツボを使用していることからシリコン結晶中に酸素（格子間酸素）が少なからず混入する。このような酸素原子は通常単独では電氣的に中性であるが、350～500℃程度の低温熱処理が施されると複数個の原子が集まって電子を放出して電氣的に活性な酸素ドナーとなる。そのため、CZ法により得られたウエーハに、後にデバイス工程等で350～500℃程度の熱処理が施されると、この酸素ドナーの形成により高抵抗率CZウエーハの抵抗率が低下してしまう問題がある。

上記のような酸素ドナーによる抵抗率の低下を防ぎ、高抵抗率のシリコンウエーハを得る一つの方法は、結晶育成の当初から格子間酸素濃度の低いシリコン単結晶を製造する方法である。

特公平8-10695号公報には、CZ法で高抵抗率のウエーハを製

造する方法として、磁場印加CZ法（MCZ法）により格子間酸素濃度の低いシリコン単結晶を製造し、 $1000\Omega\cdot\text{cm}$ 以上の高抵抗率のシリコン単結晶を製造できることが記載されている。また、特開平5-58788号公報には合成石英ルツボを用いてMCZ法を行うことにより
5、 $10000\Omega\cdot\text{cm}$ 以上のシリコン単結晶を製造できることが開示されている。

また、CZ法により高抵抗率のウェーハを製造する別の方法としては、酸素ドナーが形成される現象を逆に利用して、低不純物濃度で低酸素濃度のP型シリコンウェーハに $400\sim 500^\circ\text{C}$ の熱処理を行って酸素
10ドナーを発生させ、この酸素ドナーによりP型シリコンウェーハ中のP型不純物を打ち消してN型化し、高抵抗率N型シリコンウェーハを製造する方法も提案されている（特公平8-10695号公報）。

しかし、上記のようにMCZ法等で、格子間酸素濃度が低いシリコン単結晶を製造すると、デバイス製造工程での熱処理により発生する内部
15欠陥の密度が低く、十分なゲッタリング効果が得られにくいという欠点がある。高集積度のデバイスでは、ある程度の酸素析出によるゲッタリング効果の付与は必須である。

また、熱処理により酸素ドナーを発生させ、ウェーハ中のP型不純物を打ち消してN型化することにより高抵抗率のシリコンウェーハを得る
20方法は、初期の抵抗率（不純物の濃度、種類）や熱処理時間を正確に制御する必要があり、長時間の熱処理が必要な煩雑な方法である。また、この方法では高抵抗率のP型シリコンウェーハを得ることはできない。そして、この方法で得られたウェーハもその後の熱処理によつては、抵抗率の変動し得る。さらに、この方法では格子間酸素濃度を高くすると
25ウェーハ抵抗率の制御が難しいために、シリコンウェーハの初期格子間酸素濃度は低いものにせざるを得ず、ウェーハのゲッタリング効果は低いものになってしまう欠点がある。

前記したように、移動体通信用の半導体デバイスや最先端のC-MO

S デバイスには、C Z 法で製造された大直径で高抵抗率のシリコンウエーハが必要とされるが、通常の L S I 等の集積回路にも、主に C Z 法により製造されたシリコンウエーハであって、通常抵抗率 ($1 \sim 20 \Omega \cdot \text{cm}$ 程度) のウエーハが用いられ、前記デバイス製造工程での熱処理の
5 ほかにいくつかの熱処理工程を含む多数の製造工程を施して製造される。このような熱処理工程は、例えばウエーハ表層への酸化膜形成、不純物拡散、無欠陥層やゲッタリング層の形成などが行われる非常に重要な工程である。

この熱処理工程で用いられ、一度に複数枚のウエーハを熱処理することが
10 とができる、いわゆるバッチ式の抵抗加熱式熱処理炉として横型炉と縦型炉がある。横型炉は、ウエーハを保持するためのポートと呼ばれる治具にウエーハを垂直に載置した状態で炉内に挿入して熱処理するタイプであり、縦型炉はポートにウエーハを水平に載置した状態で炉内に挿入して熱処理するタイプのものである。

15 前記いずれのタイプの熱処理における問題点の 1 つとして、スリップ転位の発生がある。スリップ転位とは、熱処理工程中の熱応力により結晶がすべり変形することによりウエーハ表面に段差を生ずる欠陥であり、このようなスリップ転位がウエーハ表面に発生すると、ウエーハの機械的強度が低下するだけでなく、接合リーク等、デバイス特性に悪影響
20 を及ぼすので極力低減することが望ましい。

前記のようなバッチ式の熱処理炉を用いて熱処理を行うと、熱処理炉へのウエーハの出し入れ時や炉内での昇降温時にウエーハ面内に温度分布が発生し、この温度分布により応力が生ずる。そして、この応力がある一定の臨界値を超えた場合にスリップ転位が発生する。この場合、ウエーハはポート上に載置されているので、ウエーハの自重がポートとの
25 接触部分に集中しやすくなるため、その接触部分に作用する応力が大きくなり、スリップ転位が発生しやすくなる。特にウエーハが大口径になると、ウエーハの自重が大きくなるのでその影響は大きい。

一方、前記のバッチ式熱処理炉のほか、ランプ加熱等を利用した枚葉式の熱処理炉であるRTA (Rapid Thermal Annealing) 装置が熱処理工程に用いられる場合もある。この種の装置の場合、枚葉処理であり、昇降温速度が極めて速く、バッチ炉に比べてウェーハ面内の温度分布が発生しにくいので、大口径ウェーハの熱処理において特に有効である。しかしながら、やはりウェーハを載置する治具との接触部でウェーハの自重による応力が集中し、スリップ転位が発生しやすいという現象はバッチ式の熱処理炉と同様である。

この様なスリップ転位の発生を抑制するため、従来は主として2つの観点から改善が計られてきた。その1つは、ウェーハとボートとの接触部にかかる応力を減じようとするもので、ボートの形状を改善することで応力の集中を回避しようとするものである。例えば、特開平9-251961号公報に開示された技術は、縦型熱処理用ボートのウェーハ載置部の角度をウェーハの自重による撓みに対応した形状にすることにより、ウェーハとボートの接触部を点接触から面接触になるようにして応力の集中を防止するものである。

もう1つの観点は、熱処理工程中に生ずるウェーハの面内の温度分布を低減しようとするものであり、熱処理条件を改良するものである。例えば、特開平7-235507号公報に記載されている技術は、熱処理の昇降温時に通常用いられていた窒素やアルゴンに比べて熱伝導率が高い水素やヘリウムを用いることでウェーハへの熱伝導を活発にし、ウェーハ面内の温度差を低減しようとするものである。また、特開平7-312351号公報においては、高温になるほど昇降温速度を低下させることでスリップ転位の発生を防ぐことが提案されている。

これら2つの観点からのアプローチとしては、上記の例に止まらず、その他にも多数知られている。これらのアプローチは熱処理工程でのスリップ転位を抑制することに関してそれなりの効果はあるものの、デバイス製造工程中で施される多種多様な熱処理工程の全てに対して万全で

あるかといえ、必ずしもそうとは言えず、コスト的な問題で実用化が困難な場合もあった。

スリップ転位の発生を抑制するための前記2つのアプローチのほか、ウエーハ中の酸素析出物に着目し、耐スリップ性を向上させる試みもな
5 されている。例えば、特開平9-190954号公報では、低酸素濃度のCZウエーハに関して、スリップ転位が発生しやすい外周10mm以下の範囲に多面体の酸素析出物を所定密度に形成すれば、スリップ転位の発生を抑制できることが記載されている。そして、その酸素析出物を
10 所定密度に発生させるために、外周10mm以下の範囲に酸素をイオン注入し、窒素ガス雰囲気中で2段階の熱処理を施す技術を開示している。

また、特開平10-150048号公報では、酸素析出物を含有するウエーハに熱圧縮応力が負荷されると、酸素析出物自体からスリップ転位が発生する問題点に鑑み、通常ならばスリップ転位が発生し得る熱圧縮
15 応力下でも酸素析出物からスリップ転位が発生しにくいウエーハとして、所定濃度の炭素を含有したウエーハを提案している。

以上のように、従来の技術では、CZ法によって製造されたシリコンウエーハ（本発明ではCZシリコンウエーハまたは単にCZウエーハという場合がある）にデバイス製造工程、例えば酸化膜形成、不純物拡散、無欠陥層やゲッタリング層の形成時等における熱処理を加えると、ウ
20 エーハの特性に悪影響（抵抗率の低下やスリップ転位の発生等）を及ぼすことがあるという問題があった。

すなわち、従来の技術では、チョクラルスキー法によって製造されたシリコンウエーハに熱処理を加えても、酸素ドナーの発生による抵抗率の低下の問題がなく、且つゲッタリング効果も高い高抵抗率CZウエー
25 ハを得る方法はなく、これらの要求を満たす方法の開発が望まれていた。

また、熱処理工程でのスリップ転位の抑制に関しては、前記特開平9-190954号公報または特開平10-150048号公報に開示さ

れている技術はウエーハ自体の特性を改良する技術であるので、全ての熱処理工程で効果が得られる可能性があるが、いずれも実用的な技術ではなかった。すなわち、特開平 9-190954 号公報の技術にあっては、イオン注入および 2 段階の熱処理という付加工程が必要とされるものであった。また、特開平 10-150048 号公報では、炭素を所定濃度添加するため、炭素がデバイス特性に及ぼす悪影響が懸念された。

また、シリコンウエーハ上にエピタキシャル成長により単結晶シリコン層を積層させてエピタキシャルウエーハを製造する場合、高温のエピタキシャル工程においてウエーハにスリップ転位等の欠陥が発生し、エ
ピタキシャル工程の歩留りを低下させるとともに、最終的に作製されるデバイスの特性も低下してしまうという問題もある。

発明の開示

本発明はこのような問題点に鑑みて為されたもので、酸素ドナーの発生による抵抗率の低下を防ぎつつ、ゲッタリング効果も高い高抵抗率 C Z ウエーハを得る方法、および、その方法により製造された高抵抗率 C Z ウエーハならびに、このウエーハを利用した S O I ウエーハを提供することを第 1 の目的とする。

また、本発明は、熱処理工程に供される C Z シリコンウエーハが熱処理ボートと接触する部分の耐スリップ性を向上させ、また、酸素析出物自体から発生するスリップもほとんどないシリコンウエーハを、比較的簡便である実用的な方法で提供することを第 2 の目的とする。

さらに、本発明では、スリップ転位が発生せず、しかも高い抵抗率とゲッタリング効果をあわせもつエピタキシャルウエーハを提供することも目的とする。

本発明では、前記第 1 の目的を達成するため、シリコンウエーハの製造方法において、チョクラルスキー法により抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppm}$ であるシリコン単結晶棒を育成して、該シリコン単結晶棒をウエーハに加工し、該ウエーハに酸

素析出熱処理を行なって、ウエーハ中の残留格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下とすることを特徴とするシリコンウエーハの製造方法が提供される。

5 このように、チョクラルスキー法により、 $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗率であって、初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ (JEIDA : 日本電子工業振興協会) の高酸素濃度のシリコンウエーハを作製して、この高抵抗率 CZ ウエーハに対し酸素析出熱処理を行ない、残留格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下の低酸素濃度とすることにより、シリコンウエーハの格子間酸素を析出させて、電気的に活性な酸素ドナーとなる
10 ことを防ぎ、ウエーハの抵抗率の低下を防ぐことができる。また、この方法では、酸素析出物の密度が高くなるため、ゲッタリング効果も高めることができる。さらに、この方法では CZ 法によりシリコンウエーハを作製するため、ウエーハの直径を大直径化することも容易に行なうことができる。

15 そして、本発明では、前記製造方法により製造されたシリコンウエーハも提供され、このように製造されたシリコンウエーハは、抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ であるシリコンウエーハに酸素析出熱処理を行なって製造されたシリコンウエーハであって、残留格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下であることを特徴と
20 するものである。

 このように本発明のシリコンウエーハは、電気的に活性な酸素ドナーとなる残留格子間酸素が少ない上、バルク中には酸素析出物が十分に存在するので、高抵抗率とゲッタリング効果を併せ持つシリコンウエーハとなる。

25 また本発明のシリコンウエーハは、抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ であるシリコンウエーハであって、 $350 \sim 500^\circ\text{C}$ のデバイス製造熱処理を行なった後の抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上に維持されていることを特徴とするシリコンウエーハ

とすることができる。

このように、本発明のシリコンウエーハは抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗率であり、初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ と高酸素濃度のものであっても、 $350 \sim 500^\circ\text{C}$ のデバイス製造熱処理を行
5 なった後の抵抗率が、酸素ドナーの発生が抑制されるために $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上に維持されているウエーハである。すなわち高い抵抗率と高いゲッタリング効果を併せ持つシリコンウエーハとなる。

なお、ここでデバイス製造熱処理とは、ゲッタリング熱処理その他の処理をウエーハに施した後に、電極配線工程などのデバイス製造工程で
10 施される熱処理を総称するものである。

さらに、このような本発明のシリコンウエーハは、ゲッタリング熱処理後またはデバイス製造熱処理後に内部欠陥密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ/ cm^3 であるシリコンウエーハとすることができる。

このように、ゲッタリング熱処理後またはデバイス製造熱処理後に内
15 部欠陥密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ/ cm^3 であるシリコンウエーハは、高抵抗率のウエーハであるにもかかわらず、ウエーハ中に酸素析出の元となる核、つまり内部欠陥としての酸素析出密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ/ cm^3 とゲッタリングサイトとして必要と思われるレベルの酸素析出核を持った、今までに無いシリコンウエーハとなる。

20 なお、ここでゲッタリング熱処理とは、育成されたシリコン単結晶棒をウエーハに加工した後からデバイス工程に入る前までに施される熱処理を総称し、主に不純物酸素の外方拡散による表面近傍の結晶欠陥の消滅を目的とするものである。

また、本発明によれば、抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であるシリコン
25 ウエーハであって、格子間酸素濃度が $8\ \text{ppma}$ 以下であり、かつ内部欠陥密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ/ cm^3 であることを特徴とするシリコンウエーハも提供される。

このように、抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗率であるシリコン

ウエーハであって、格子間酸素濃度が 8 ppm a 以下の低酸素濃度であり、かつ内部欠陥密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10} \text{ ケ/cm}^3$ であるシリコンウエーハは、デバイス熱処理等の $350 \sim 500^\circ\text{C}$ 程度の低温熱処理を施した後も高抵抗率が維持され、かつ、十分なゲッタリング効果を有するシリコンウエーハとすることができる。

そして、本発明では、前記本発明に係る高抵抗率の CZ シリコンウエーハをベースウエーハに用いた貼り合わせ SOI ウエーハも提供される。

このように、本発明の CZ ウエーハをベースウエーハとして用いた貼り合わせ SOI ウエーハは、デバイス製造熱処理を行なった後も高抵抗率が維持され、ゲッタリング効果を有する SOI ウエーハであるので、大直径化が可能であり、信号の伝送ロス等が低減されるので、特に高周波デバイスとして有益である。

なお、貼り合わせ SOI ウエーハ用のベースウエーハに行う酸素析出熱処理は、貼り合わせ SOI ウエーハの製造工程中の結合熱処理と兼ねて行うこともできる。

すなわち、ボンドウエーハとベースウエーハとを酸化膜を介して密着させる工程と、結合熱処理を加えて強固に結合させる工程と、ボンドウエーハを薄膜化して SOI 層とする工程とを有する貼り合わせ SOI ウエーハの製造の際、前記ベースウエーハとして抵抗率が $100 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25 \text{ ppm a}$ であるシリコンウエーハを用い、前記結合熱処理としてベースウエーハ中の残留格子間酸素濃度を 8 ppm a 以下とする熱処理を行うことで、高抵抗率を有し、且つ十分なゲッタリング効果を有する SOI ウエーハをより効率的に得ることができる。

この場合、前記用いるベースウエーハを、該ベースウエーハとボンドウエーハとを密着させる工程の前に酸素析出熱処理の少なくとも一部を行ったウエーハとすることもできる。

貼り合わせ S O I ウェーハの作製工程中に行われる酸素析出熱処理として複数段の熱処理を行う場合には、上記のようにボンドウェーハと密着する前のベースウェーハにその酸素析出熱処理の一部を予め行い、残りの熱処理を結合熱処理として行うこともできる。このように、貼り合わせ S O I ウェーハの作製工程において必要な酸素析出熱処理を分割して行えば、結合熱処理のみで行う場合に比べて結合熱処理工程を短くできるので、各工程間の時間調整がし易くなり、工程間在庫を低減し効率よく製品を作製することができる。

さらにこの場合、前記ベースウェーハに行う酸素析出熱処理の少なくとも一部を、該ベースウェーハの最終研磨前に行うこともできる。

ボンドウェーハと密着する工程の前にベースウェーハに行う酸素析出熱処理の少なくとも一部は、ベースウェーハを鏡面研磨してから行ってもよいが、その研磨工程の最終研磨前に行うのが好ましい。このように密着工程前の酸素析出熱処理の少なくとも一部を最終研磨前に行えば、この熱処理工程でウェーハ表面のマイクロラフネスやヘイズ等が悪化しても最終研磨により改善できるので、結合不良（ボイド）の発生頻度を抑えることができる。

さらに、本発明では、前記第 2 の目的を達成するため、シリコンウェーハの製造方法において、チョクラルスキー法により初期格子間酸素濃度が 10 ～ 25 p p m a であるシリコン単結晶棒を育成して、該シリコン単結晶棒をウェーハに加工し、該ウェーハに酸素析出熱処理を行なって、ウェーハ中の残留格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下とすることを特徴とするシリコンウェーハの製造方法が提供される。なお、前記酸素析出熱処理を行って、ウェーハ中の残留格子間酸素濃度を 6 p p m a 以下とすることが好ましい。

この様に初期格子間酸素濃度が 10 ～ 25 p p m a であるシリコン単結晶棒から得た C Z ウェーハに対し酸素析出熱処理を行い、残留格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下、好ましくは 6 p p m a 以下にすることによ

り、ウエーハのバルク中にスリップ転位を抑制するのに必要な酸素析出物と残存格子間酸素を形成することができる。

また、このようにシリコンウエーハを製造することにより、その後の熱処理工程に供されるCZシリコンウエーハが熱処理ボートと接触する部分の耐スリップ性が向上され、また、酸素析出物自体から発生するスリップもほとんどないシリコンウエーハを比較的簡便で実用的な方法で得ることができる。

さらにこの場合、前記酸素析出熱処理を、その初段において1100℃以上の高温熱処理を行い、ウエーハ表面の格子間酸素を外方拡散させることによりウエーハ表面にDZ層（無欠陥層）を形成させるように行うことが好ましい。

このような酸素析出熱処理を行うことで、スリップ転位が非常に起こり難くゲッタリング特性にも優れたウエーハとなると共に、ウエーハ表面の酸素析出物が減少し、該表面にデバイスを作製する場合、デバイス特性に悪影響を及ぼす恐れがほとんどなくなる。

また、本発明により作製されたウエーハ表面にエピタキシャル層を形成する場合においても、ウエーハ表面にDZ層が形成されているとエピタキシャル層の結晶性を悪化させるおそれが少ないので、上記のようにDZ層が形成されるように熱処理を行うことが好ましい。

さらに本発明では、前記酸素析出熱処理を行ってシリコンウエーハを製造する場合、シリコンウエーハの酸素析出熱処理を、該ウエーハの最終研磨前に行うのが好ましい。

本発明の酸素析出熱処理は、鏡面研磨されたウエーハに行うこともできるが、鏡面研磨を行う前のケミカルエッチング面を有するウエーハ（CW）や、通常は複数段行われるウエーハの研磨工程（例えば、1次研磨、2次研磨、仕上げ研磨（最終研磨））の最終研磨前のウエーハに行えば、たとえ酸素析出熱処理工程でウエーハ表面状態が悪化しても、その後の研磨によりそれを改善することができるという利点を有する。

さらに本発明では、前記製造方法により製造されたシリコンウエーハも提供される。このように製造されたシリコンウエーハは、耐スリップ性及びゲッタリング特性に優れ、デバイス製造時等の熱処理工程においてもスリップ転位や不良が非常に少ないウエーハである。

- 5 また、スリップ耐性が高いため、従来のプロセス温度の低温化をせずにスリップを抑制することができるので、デバイス工程の適用範囲が広がり、非常に有益なシリコンウエーハを提供することができる。

- 10 また、本発明では、ウエーハ中の格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下であり、かつ酸素析出物密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ / cm^3 であることを特徴とするシリコンウエーハが提供され、好ましくは、前記格子間酸素濃度は 6 p p m a 以下であり、また、前記シリコンウエーハ中の酸素析出物は、具体的には、200 nm 以上のサイズを有する多面体または 230 nm 以上のサイズを有する板状体である。

- 15 このようなウエーハも、その後に行われる高温のゲッタリング熱処理やデバイス製造熱処理時のスリップ転位の発生を抑制することができ、ゲッタリング特性にも優れ、LSI 等の作製に非常に適したウエーハとなる。

さらに本発明では、前記シリコンウエーハの表面にエピタキシャル層が形成されたエピタキシャルウエーハも提供される。

- 20 本発明に係るシリコンウエーハにエピタキシャル層を形成したエピタキシャルウエーハであれば、エピタキシャル工程でのスリップ転位の発生が抑制され、しかも高い抵抗率とゲッタリング効果をあわせもつ従来にないエピタキシャルウエーハが得られるため、各種デバイスへの用途が広がる。

- 25 以上説明したように、本発明は抵抗率が $100 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の CZ シリコンウエーハに酸素析出熱処理を加えて残存格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下にすることにより、デバイス製造工程中の熱処理、特に電極配線工程等で行われる $350 \sim 500^\circ\text{C}$ のデバイス製造熱処理で起こる酸素

ドナーの発生による抵抗率の低下を防ぎつつ、ゲッタリング効果も高い高抵抗率CZウエーハを得ることができる。また、このウエーハはそのまま使用するのみならず、貼り合わせSOIウエーハのベースウエーハとして利用することもでき、大直径化が容易で、かつ信号の伝送ロス等の少ないウエーハを高生産性で得ることができる。

また、本発明はCZシリコンウエーハに酸素析出熱処理を加えてウエーハ中の残存格子間酸素濃度を8 p p m a 以下にすることにより、その後の熱処理工程に供されるCZシリコンウエーハが熱処理ポートと接触する部分の耐スリップ性を向上させ、また、酸素析出物自体から発生するスリップもほとんどないシリコンウエーハを比較的簡便で実用的な方法で得ることができる。

従って、このようなウエーハであれば、ウエーハの口径が200mm、300mm或いはそれ以上といった大口径でありスリップ転位が入りやすいウエーハであっても、スリップを十分に抑制することができる。また、スリップ耐性が高いため、従来のプロセス温度の低温化をせずにスリップを抑制することができるので、デバイス工程の適用範囲が広がり、非常に有益なシリコンウエーハを提供することができる。

図面の簡単な説明

図1は、シリコンウエーハの残存格子間酸素濃度と抵抗率との関係を示した図である。

図2は、シリコンウエーハの初期格子間酸素濃度と内部欠陥密度との関係を示した図である。

図3は、A～Eは、実施例1、比較例1の酸素析出熱処理の熱処理条件を示した図である。

図4は、シリコンウエーハを急速加熱・急速冷却できる装置の一例を示した概略断面図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明につきさらに詳細に説明する。

本発明の発明者らは、高抵抗率であって、その抵抗率がその後の熱処理で変動せず、かつ高いゲッタリング効果を併せ持つシリコンウエーハ
5 を得る方法として、高抵抗率CZウエーハに酸素析出熱処理を行い、残留格子間酸素濃度を低減する方法を見出し、諸条件を精査して本発明の第1の目的を達成した。

従来の高抵抗率CZシリコンウエーハを得る方法は、シリコン単結晶育成時に格子間酸素濃度を低濃度とせざるを得ず、そのため従来方法で
10 得られる高抵抗率CZシリコンウエーハのゲッタリング効果は低いものとなっていた。

そこで、本発明の発明者らは、シリコン単結晶育成時に初期格子間酸素濃度を低く抑えるのではなく、単結晶育成時には通常の格子間酸素濃度を有する高抵抗率単結晶を育成してウエーハに加工し、その後の熱処理により意図的に格子間酸素を析出させ、シリコンウエーハ内の活性酸素を減らし、酸素のドナー化を阻止する方法を発想した。
15

そこで本発明者らは、シリコンウエーハにデバイス製造熱処理を施した際の抵抗率の変化と、そのシリコンウエーハの残留格子間酸素濃度との関係について実験調査を行なった。

20 本発明者らは、まず、初期格子間酸素濃度が10～25ppmaであって抵抗率が100Ω・cm以上の高抵抗率CZウエーハに種々の格子間酸素を析出させる熱処理を行なった。次に該酸素析出熱処理後のシリコンウエーハの残留格子間酸素濃度を測定した。そして、シリコンウエーハの抵抗率を測定した後、ウエーハにデバイス製造熱処理として45
25 0℃、16時間の熱処理を施し、再度ウエーハの抵抗率を測定した。最後に、デバイス製造熱処理前後の抵抗率の変化と残留格子間酸素濃度との関係について比較検討をおこなった。

図1は、上記実験結果を示したものである。図中の四角、三角等の形

状の異なるプロットは、それぞれ熱処理条件の異なる酸素析出熱処理を施されたウエーハであることを示している。また、各形状のプロットの内、黒色のプロットはデバイス製造熱処理前の抵抗率を、白色のプロットはデバイス製造熱処理後の抵抗率を示している。

- 5 図1が示すように、初期格子間酸素濃度や酸素析出熱処理の熱処理条件にかかわらず、残存格子間酸素濃度が約8 ppm (JEIDA)以下であれば、デバイス製造熱処理後の抵抗率の変化が非常に小さいことが判る。

- つまり、シリコン単結晶育成時には、10～25 ppmの高い初期
10 格子間酸素濃度の単結晶から作製されたウエーハであっても、その後に残存格子間酸素濃度が約8 ppm以下になるように酸素析出熱処理を施すことにより、その酸素析出熱処理の熱処理条件に関わらず、デバイス製造熱処理による抵抗率の低下を防止することが可能である。

- しかし、実際に使用されるシリコンウエーハにおいては、高抵抗率を
15 維持すると同時にゲッタリング効果を持たせることが必要となる。ゲッタリング効果を持たせるためには酸素析出物を形成する必要があるので、酸素析出熱処理前の初期格子間酸素濃度は少なくとも10 ppm程度を要する。また反対に25 ppmを超えると析出過多となりウエーハ強度が劣化する怖れがあるので、25 ppm以下が適切である。

- 20 さらに、本発明における酸素析出熱処理を加えられたウエーハは、格子間酸素が微小な酸素析出物として大量に析出しているため、ゲッタリング熱処理またはデバイス製造熱処理後に、ゲッタリングサイトとなる内部欠陥の密度を $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ヶ/cm³とすることができ、十分なゲッタリング効果を有するウエーハとすることができる。

- 25 また、このようなウエーハを利用して貼り合わせSOIウエーハを製造する場合には、少なくともベースウエーハとして上記の高抵抗率CZウエーハを用い、デバイス層となるボンドウエーハとベースウエーハの少なくとも一方にシリコン酸化膜を形成した後、両者を貼り合わせ、結

合熱処理を加えて結合強度を向上させてからボンドウエーハを薄膜化し S O I 層とすることにより、デバイス製造熱処理等を受けてもベースウエーハは高抵抗率を維持できるので高周波特性に優れたデバイスが作製可能な S O I ウエーハを得ることができる。

- 5 また、ベースウエーハとして単に高抵抗率ウエーハを用いるだけであれば F Z ウエーハや絶縁性基板を用いることができるが、C Z ウエーハを用いることにより、8 インチを超える大直径化が比較的容易であり、ウエーハ中に適度な酸素を有するため、熱処理に対するウエーハの機械的強度が強く、しかもバルク中に酸素析出物を形成することができるので重金屬等の汚染物をゲッタリングする効果も有する。

- 10 前記のようなウエーハであれば、デバイス製造工程等で 3 5 0 ~ 5 0 0 ° C 程度の熱処理を受けても酸素ドナーの影響による抵抗率の変化がおこらず高抵抗率が維持され、しかもバルク中に酸素析出物が形成されるため、ゲッタリング効果も有するものであり、移動体通信用の半導体デ
15 バイスや、最先端の C - M O S デバイス用として非常に有望なものであると言える。

さらに、本発明らは、前記本発明に係る C Z ウエーハの特性を把握すべく、いろいろな角度から分析したところ、以下のような新たな知見を得て、第 2 の目的が達成されたものである。

- 20 すなわち、前記本発明のウエーハはバルク中に相当量の酸素析出物を有するため、デバイスプロセスで用いられる熱処理等が加えられると、当然スリップ転位は発生し易いものであると考えられていた。ところが、この意に反してこれらのウエーハは、通常のウエーハであればスリップ転位が確実に発生すると考えられている熱処理を施しても、X 線トポ
25 グラフによるスリップ転位は観察されなかった。さらに、このようにスリップ転位が発生しないという現象は、1 0 0 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上の抵抗率のウエーハに限らず、1 0 0 $\Omega \cdot \text{cm}$ 未満の抵抗率のウエーハにおいても確認することができた。

ところで、酸素析出物の形状や大きさとスリップ転位の発生に関しては、前出の特開平 10-150048 号公報に、多面体析出物および板状析出物の場合、そのサイズがそれぞれ約 200 nm、230 nm 以上になるとスリップ転位が発生しやすくなるとの知見が記載されているが、
5 本発明の酸素析出物を透過型電子顕微鏡で観察したところ、その形状は多面体構造または板状構造であり、その大きさを調べるため特開平 10-150048 号公報のものとほぼ同じ部分（多面体析出物については、八面体構造の方形 4 辺の中の 1 辺の長さであり、板状析出物については析出物の対角線の長さ）を測定したところ、多面体析出物は 200
10 nm 以上、板状析出物は 230 nm 以上であるものがほとんどであった。

このように、従来の酸素析出物の形状や大きさ、あるいは熱処理条件という観点から考えるとスリップ転位が発生しやすい条件でありながら、本発明に係るウエーハにはスリップ転位が発生しない理由は今のところ
15 不明であるが、残存格子間酸素濃度および酸素析出物の大きさや密度が関与していると思われる。

すなわち、本発明に係るウエーハのように、プロセス熱処理（ゲッタリング熱処理やデバイス製造熱処理等）が加えられる前に予め酸素析出物がある程度の密度や大きさに形成されていると、その後、プロセス熱
20 処理が加えられても残存格子間酸素濃度が少ないこと等の理由により酸素析出物が再成長しにくく、スリップ転位が発生しないことが考えられる。

本発明者らは、さらに研究を行い、前記シリコンウエーハの酸素析出熱処理を、該ウエーハの最終研磨前に行うことで効率良く本発明に係る
25 シリコンウエーハ並びに SOI ウエーハを製造することができることを見出した。すなわち、その酸素析出熱処理によりウエーハの表面状態（マイクロラフネスやヘイズ等）が悪化しても、その後に研磨を行えば良好な鏡面ウエーハとすることができる。従って、シリコンウエーハある

いはベースウエーハを少なくとも最終的に研磨する前に酸素析出熱処理を行えば、研磨工程をさらに増やすことなく本発明に係るシリコンウエーハ並びにS O I ウエーハを得ることができる。

また、本発明に係るシリコンウエーハは、前記したように熱処理においてスリップ転位の発生がほとんど無く、その上、バルク中には十分な大きさと密度を有する酸素析出物が形成されているため、その表面上に1100～1200℃程度の高温でエピタキシャル成長させた場合であっても、酸素析出物が消滅することもない。従って、エピタキシャル工程でのスリップ転位の発生が無く、しかも高い抵抗率とゲッタリング効果をあわせもつ従来にないエピタキシャルウエーハが得られるため、各種デバイスへの用途が広がることも本発明者らにより見出された。

なお、本発明にかかる前記いずれの製造方法においても、酸素析出熱処理を加える熱処理炉としては、一般的に用いられ、ウエーハ100枚あるいはそれ以上の枚数のバッチ処理が可能なヒーター加熱式の熱処理炉（以下バッチ炉ということがある。）や、近年開発が進んでいるランプ加熱方式等により急速加熱・急速冷却を特徴とした枚葉処理を基本とする前出のRTA装置などがある。

また、析出熱処理方法としては、結果的に酸素析出物が形成され、残留格子間酸素濃度が8ppma以下になれば良いので、特別に限定されるものではなく、例えば1回のみの熱処理や複数段の熱処理であってもよく、バッチ炉とRTA装置を組み合わせで行なってもよい。

以下、本発明の実施形態につきさらに具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

まず、公知のCZ法あるいはこのCZ法において融液に磁場を印加してシリコン融液の対流を制御して単結晶を引き上げる公知のMCZ法により所望の抵抗率を有し、初期格子間酸素濃度が10～25ppmaとなるシリコン単結晶棒を引き上げる。これらの引き上げ方法は、石英ルツボ中に收容された多結晶シリコン原料の融液に種結晶を接触させ、こ

れを回転させながらゆっくりと引き上げて所望直径の単結晶棒を育成する方法であるが、初期格子間酸素濃度を所望の値にするためには、従来から慣用されている方法によれば良い。例えば、ルツボの回転数、導入ガス流量、雰囲気圧力、シリコン融液の温度分布および対流、あるいは
5 印加する磁場強度等のパラメータを適宜に調整することで所望の酸素濃度の結晶を得ることができる。

こうして得られたCZシリコン単結晶棒を通常の方法に従い、ワイヤーソーあるいは内周刃スライサー等の切断装置でスライスした後、面取り、ラッピング、エッチング、研磨等の工程を経てCZシリコン単結晶
10 ウェーハに加工する。もちろんこれらの工程は、例示列举したにとどまり、この他にも洗浄、熱処理等種々の工程が有り得るし、工程順の変更、一部省略等目的に応じ適宜工程は変更して使用される。

次に、このCZシリコン単結晶ウェーハに対して残留格子間酸素濃度が8 p p m a 以下になるような酸素析出熱処理を施す。ここで、残留格
15 子間酸素濃度が8 p p m a 以下となるような酸素析出熱処理とは、熱処理されるウェーハの初期格子間酸素濃度や結晶成長時の熱履歴に依存するので必ずしも特定できないが、これら初期格子間酸素濃度や熱履歴等の条件に合わせて実験的に設定すればよい。

本発明の酸素析出熱処理に用いられるR T A装置としては、熱放射によるランプ加熱器のような装置を挙げることができる。市販されているものとして、例えばシュティアック マイクロテック インターナショナル社製、S H S - 2 8 0 0 のような装置を挙げることができ、これらは特別複雑なものではなく、高価なものでもない。一方、バッチ炉としては東京エレクトロン社製、α-8のような装置を挙げることができる
25 。

ここで、本発明で用いられるシリコン単結晶ウェーハの急速加熱・急速冷却装置（R T A装置）の一例を示す。図4は、R T A装置の概略図である。

図4の熱処理装置10は、石英からなるチャンバー1を有し、このチャンバー1内でウェーハを熱処理するようになっている。加熱は、チャンバー1を上下左右から囲繞するように配置される加熱ランプ2によって行う。このランプはそれぞれ独立に供給される電力を制御できるようになっている。

ガスの供給側は、不図示の酸素ガス供給源及び窒素ガス供給源が接続されており、任意の混合比で両者を混合してチャンバー1内に供給することができるようにされている。

ガスの排気側は、オートシャッター3が装備され、外気を封鎖している。オートシャッター3は、ゲートバルブによって開閉可能に構成される不図示のウェーハ挿入口が設けられている。また、オートシャッター3にはガス排気口が設けられており、炉内雰囲気圧力を調整できるようになっている。

そして、ウェーハ8は石英トレイ4に形成された3点支持部5の上に配置される。トレイ4のガス導入口側には、石英製のバッファ6が設けられており、導入ガスがウェーハ8に直接当たるのを防ぐことができる。

また、チャンバー1には不図示の温度測定用特殊窓が設けられており、チャンバー1の外部に設置されたパイロメータ7により、その特殊窓を通してウェーハ8の温度を測定することができる。

以上のような熱処理装置10によって、ウェーハを急速加熱・急速冷却する処理は次のように行われる。

まず、熱処理装置10に隣接して配置される、不図示のウェーハハンドリング装置によってウェーハ8を挿入口からチャンバー1内に入れ、トレイ4上に配置した後、オートシャッター3を閉める。チャンバー1内は所定の雰囲気を満たされる。

そして、加熱ランプ2に電力を供給し、ウェーハ8を例えば1100～1300℃の所定の温度に昇温する。この際、目的の温度になるまで

に要する時間は例えば20秒程度である。次にその温度において所定時間保持することにより、ウエーハ8に高温熱処理を加えることができる。所定時間経過し高温熱処理が終了したなら、ランプの出力を下げウエーハ8の温度を下げる。この降温も例えば20秒程度で行うことができる。最後に、ウエーハハンドリング装置によってウエーハ8を取り出すことにより、熱処理を完了する。

以下、本発明の実施例および比較例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

10 (実施例1、比較例1)

CZ法により、方位<100>、直径200mm、導電型P型であって、抵抗率が $100\Omega \cdot \text{cm}$ 以上で、初期格子間酸素濃度 $10 \sim 25 \text{ ppm}$ (JEIDA)のシリコン単結晶棒を5本引き上げ、スライスしてウエーハに加工した。そして、これらのウエーハに図3に示す5種類
15 (A, B, C, D, E)の酸素析出熱処理を行なった。

そして、5種類の酸素析出熱処理後における各ウエーハの抵抗率と残存格子間酸素濃度を測定した後、デバイス製造熱処理がウエーハに施された際の酸素ドナー形成の影響を測定するため、各ウエーハにデバイス製造熱処理を模した 450°C 、16時間の熱処理を施し、再度各ウエー
20 ハの抵抗率を測定した。

なお、抵抗率測定は4探針法で行ない、格子間酸素濃度測定は赤外分光法による測定器であるバイオラッド社製QS-300を用いて行なった。

測定結果を表1及び図1に示す。図1は各酸素析出熱処理後の残存格子間酸素濃度とデバイス製造熱処理前後の抵抗率の関係を示した図であり、図1の縦軸の例えば標記 $1.0\text{E}+05$ は 1.0×10^5 を示すものである。

< 表 1 >

析出 熱処理	酸素濃度 (ppma-JEIDA)		抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	
	初期格子間 酸素	残存格子間 酸素	デバイス 製造熱処理前	デバイス 製造熱処理後
A	20	6.5	15000	8000
	18	7.5	23000	9000
	15	10	20000	80
	13	12	5000	7
	12	11	4500	6
B	20	4.5	17000	9000
	18	4.5	15000	3000
	15	6	23000	8300
	13	7	1100	200
	12	7	1000	210
C	20	11	6000	20
	18	16	6200	7
	15	14.5	8000	6
	13	13	3000	4
	12	12	3000	4
D	20	4.5	9000	6000
	18	7	8000	350
	15	13	7000	6
	13	12.5	10000	5
	12	11.5	9000	4
E	20	4.5	1500	2500
	18	5	1100	2000
	15	6	1000	800
	13	7	1200	250
	12	6.5	1100	300

表 1 および図 1 から明らかなように、初期格子間酸素濃度や酸素析出熱処理の熱処理条件にかかわらず、残存格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下であれば、酸素ドナーの発生が少ないので、デバイス製造熱処理後の抵抗率の低下が小さく、確実に 1 0 0 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上の抵抗率を維持することができることがわかる。

一方、残存格子間酸素濃度が 1 0 p p m a を超えるものについては、デバイス製造熱処理後の抵抗率が極端に低下している。すなわち、酸素ドナーが形成されやすい 3 5 0 ~ 5 0 0 $^{\circ}\text{C}$ の温度における電極配線工程などのデバイス製造熱処理を行なった場合には、高抵抗率を維持できな

いことが明らかである。

尚、表 1 においてデバイス熱処理後の抵抗率が熱処理前に比べて低下したものは、酸素ドナーの発生により、導電型が P 型から N 型に反転したものであり、逆に抵抗率が増加したものは、P 型のまま高抵抗率を維持しているものである。従って、本発明においては、初期酸素濃度、析出熱処理等の条件を適切に設定することにより、P 型高抵抗率の C Z シリコンウエーハの作製も可能であることがわかる。

(実施例 2、比較例 2)

10 実施例 1、比較例 1 で用いたシリコンウエーハの内部欠陥密度を、赤外線干渉法により測定した。測定器はバイオラッド社製 OPP (Optical Precipitate Profiler) を用い、測定は表面から内部 90 μm の深さ領域で観察した。本評価法で得られる内部欠陥密度は、酸素析出物や積層欠陥の密度であるが、そのほとんどが
15 酸素析出物である。測定結果を図 2 に示す。図 2 は、シリコンウエーハの初期格子間酸素濃度と内部欠陥密度との関係を示した図である。

図 2 より、酸素析出熱処理により残存格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下になった本発明の C Z シリコンウエーハは、初期格子間酸素濃度が 13 p p m a 以下の比較的低酸素濃度であっても、 1×10^9 ケ/ cm^3 以上の高い内部欠陥密度を有することが判る。これは、適切な酸素析出熱処理を施すことにより、残存格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下になるようにして、十分な酸素析出物を発生させたからである。すなわち、製造された本発明に係るシリコンウエーハは、高抵抗率が維持されるウエーハであって、高いゲッタリング効果を有するものとなる。

25 一方、残存格子間酸素濃度が 10 p p m a 以上となった従来のシリコンウエーハは、初期格子間酸素濃度が高い場合は内部欠陥密度が高いが、初期格子間酸素濃度が低くなると内部欠陥密度が 1×10^9 ケ/ cm^3 よりも低下してしまうことが判る。

すなわち比較例 1 で示したように、従来のシリコンウエーハのように残存格子間酸素濃度が高いと高抵抗率を維持することができず、そこで従来法のように初期格子間酸素濃度を下げて高抵抗率を維持しようとする
5 5 来、ゲッタリング効果が低くならざるを得ないと言える。つまり、従来のシリコンウエーハでは高抵抗率の維持と高いゲッタリング効果を両立させることは不可能である。

(実施例 3)

CZ 法により作製され、方位 $\langle 100 \rangle$ 、直径 150 mm、導電型 P
10 型であって、抵抗率の面内分布が $4400 \sim 7000 \Omega \cdot \text{cm}$ の範囲で、初期格子間酸素濃度が約 17.9 ppm a であるウエーハをベースウエーハとして用意し、ベースウエーハと同一の直径、方位、導電型であり、抵抗率が $10 \sim 20 \Omega \cdot \text{cm}$ 、初期格子間酸素濃度が 15 ppm a であるボンドウエーハを用意した。

15 このボンドウエーハの表面に熱酸化膜を 400 nm 形成した後、この熱酸化膜を通して水素イオンを注入（注入エネルギー 100 keV、ドーズ量 $8 \times 10^{16} / \text{cm}^2$ ）した。そして、このボンドウエーハを室温でベースウエーハと密着させ、500℃、30 分の熱処理を加えることにより、水素イオン注入層でボンドウエーハを剥離して、厚さ約 0.4
20 μm の SOI 層を有する貼り合わせ SOI ウエーハを作製した。

その後、貼り合わせ強度を向上させるための結合熱処理とベースウエーハの酸素析出熱処理とを兼ねて、実施例 1 の熱処理 D と同一条件の 3 段熱処理を加えた後、SOI ウエーハ裏面の酸化膜をエッチングにより除去し、ベースウエーハの残留格子間酸素濃度及び抵抗率を測定した。
25 その結果、ベースウエーハの残存格子間酸素濃度は約 5.4 ppm a であり、抵抗率は $4000 \sim 6300 \Omega \cdot \text{cm}$ の範囲であり、初期の抵抗率と同一レベルの高抵抗率を維持していることが分かった。

さらに、この SOI ウエーハに 450℃、16 時間の熱処理を施し、

再度ベースウエーハの抵抗率を測定したところ、酸素ドナーが発生しやすい温度で熱処理したにもかかわらず、抵抗率は $3000\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗率を維持していることが分かった。

5 (実施例4)

CZ法によりシリコン単結晶棒を作製し、これからワイヤーソーを用いてウエーハ状にスライスした後、通常行われる面取り、ラッピング、ケミカルエッチング等の工程を経て、直径 $150\ \text{mm}$ 、方位 $\langle 100 \rangle$ 、導電型P型、抵抗率が約 $11200\ \Omega \cdot \text{cm}$ 、初期酸素濃度 $17.6\ \text{ppm}$ のCWを作製し、これをベースウエーハとして用意した。尚、このCWを作製する際には、通常のCW作製工程において一般的に行われるドナー消去熱処理は行わなかった。

また、ボンドウエーハとしては、直径 $150\ \text{mm}$ 、方位 $\langle 100 \rangle$ 、導電型P型、抵抗率が $10 \sim 20\ \Omega \cdot \text{cm}$ 、初期酸素濃度約 $15\ \text{ppm}$ の鏡面研磨ウエーハを用意し、このボンドウエーハの表面に $500\ \text{nm}$ の熱酸化膜を形成した。

そして、ベースウエーハとして用意したCWに対し、酸素析出熱処理としての3段熱処理のうち、初段熱処理(500°C 、4時間、窒素雰囲気)および2段目の熱処理(800°C 、6時間、窒素雰囲気)を行った後、一方の面を3段研磨(1次研磨、2次研磨、仕上げ研磨(最終研磨))して鏡面研磨ウエーハとした。

その後、ボンドウエーハとベースウエーハの鏡面同士を酸化膜を介して室温で密着させ、貼り合わせ強度を向上させるための熱処理として、酸素析出熱処理の3段目の熱処理を兼ねて、 1100°C 、10時間の熱処理(パイロジェニック酸化)を行った後、ボンドウエーハを研削・研磨して薄膜化して厚さ約 $5\ \mu\text{m}$ のSOI層を有するSOIウエーハを作製した。

作製されたSOIウエーハのベースウエーハ裏面の酸化膜をエッチン

グにより除去して、ベースウエーハの残留格子間酸素濃度、抵抗率、内部欠陥密度を測定した。さらに、このSOIウエーハに対しデバイス製造熱処理として初段に1200℃、30分の高温熱処理を行った後、450℃、5時間の熱処理を施し、ベースウエーハの残留格子間酸素濃度、抵抗率、内部欠陥密度を再度測定した。これらの結果を表2に示した。

<表2>

	初期	結合熱処理後	デバイス熱処理後
抵抗率、 導電型	11200 Ω cm P型	9980 Ω cm N型	3520 Ω cm N型
格子間酸素 濃度	17.6ppma	7.2ppma	7.2ppma
酸素析出物 密度	—	$1.05 \times 10^{10} / \text{cm}^3$	$1.05 \times 10^{10} / \text{cm}^3$

上記の結果より、本発明のSOIウエーハのベースウエーハは、結合熱処理後に高密度の酸素析出物を有しており、初期の抵抗率と殆ど変わらない高抵抗率を維持していることがわかる。また、デバイス製造熱処理を模して初段に1200℃という高温熱処理を行ったにもかかわらず、酸素析出物が溶解して格子間酸素を増加させることもなく、その後の400℃、5時間の熱処理により、抵抗率が若干低下するものの、依然として3000 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上の高抵抗率を維持していることがわかった。

(実施例5、比較例3)

CZ法により、方位<100>、直径200mm、導電型P型であって、抵抗率が10～10000 $\Omega \cdot \text{cm}$ 、初期格子間酸素濃度が10～25ppmaのシリコン単結晶棒を複数本引上げ、スライスしてウエーハに加工した。そして、これらのウエーハの抵抗率と初期格子間酸素濃度を測定した後、実施例1、比較例1で行った酸素析出熱処理D（図3を参照のこと）と同様の3段熱処理を行った。

上記熱処理を施した後、ウェーハの残留格子間酸素濃度、酸素析出物密度、酸素析出物サイズ及び形状の測定を行った。なお、各測定に関しては、析出物のサイズと形状の測定に関しては透過型電子顕微鏡により、また析出物密度測定は、前出のOPP法により行い、他の測定に関しては、前記実施例1、実施例2と同様に行った。

さらに、前記測定を行ったウェーハと同一条件で作製した別のウェーハに対して、スリップ耐性を比較するため、1100℃、1150℃、1200℃のいずれかの温度で2時間の熱処理を行い、X線トポグラフによりスリップ発生の有無を調査した。その結果を前記測定結果も含めて表3に示す。

<表3>

抵抗率 ($\Omega \cdot \text{cm}$)	初期格子間酸素濃度 (ppma)	残留格子間酸素濃度 (ppma)	酸素析出物密度 ($\times 10^{10}/\text{cm}^3$)	酸素析出物サイズ 平均値 (nm)		熱処理温度 ($^{\circ}\text{C}$)	スリップ発生の有無 —
				多面体	板状		
15.79k	17.8	5.1	1.42~1.65	150	—	1200	無
18.74k	17.9	5.1	1.41~1.61	190	300	1150	無
18.51k	17.8	5.0	1.51~1.56	204	400	1100	無
9.15k	17.7	5.4	0.40~0.45	206	400	1100	無
21.45k	17.7	5.2	0.37~0.42	210	370	1100	無
9.70k	17.7	5.3	0.30~0.39	222	—	1100	無
12.18k	17.2	6.0	0.33~0.47	212	—	1100	無
9.00k	17.5	5.9	0.35~0.50	300	500	1100	無
10	18.0	6.0	1.5~2.0	235	400	1100	無
50	18.1	6.1	1.5~2.0	215	400	1100	無
100	18.0	5.9	1.5~2.0	220	400	1100	無
7.0k	15.0	13.0	< 0.01	—	—	1100	有
10.0k	13.0	12.5	< 0.01	—	—	1200	有
50	14.0	13.0	< 0.01	—	—	1100	有
20	14.5	13.5	< 0.01	—	—	1150	有

表3の結果より、初期格子間酸素濃度が10~25ppmaで残留格子間酸素濃度が8ppma以下のウェーハであれば、熱処理前の抵抗率の大きさにかかわらず、1100℃以上の高温の熱処理を行ってもスリップ転位が発生しないことがわかる。また、これらのウェーハの酸素析

出物の密度は $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ / cm^3 であり、酸素析出物の形状およびサイズが多面体の場合 200 nm 以上、板状の場合 230 nm 以上であってもスリップの発生がないことが確認できる。

一方、初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25 \text{ ppm a}$ であっても、酸素析
5 出処理後の残留酸素濃度が 8 ppm a を超えているウエーハは、その後
 1100°C 以上の高温熱処理を行うとスリップ転位が発生していることがわかる。

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施
形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想
10 と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかな
るものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

例えば、上記実施形態においては、直径 200 mm のシリコンウエー
ハを製造する場合につき説明したが、本発明は原則としてウエーハ直径
に拘わらず適用できるものであり、例えば、直径 $100 \sim 400 \text{ mm}$ あ
15 るいはそれ以上のシリコンウエーハにも適用できる。

請 求 の 範 囲

1. シリコンウエーハの製造方法において、チョクラルスキー法により抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ であるシリコン単結晶棒を育成して、該シリコン単結晶棒をウエーハに加工し、該ウエーハに酸素析出熱処理を行なって、ウエーハ中の残留格子間酸素濃度を $8\ \text{ppma}$ 以下とすることを特徴とするシリコンウエーハの製造方法。
2. 請求項 1 に記載の製造方法により製造されたシリコンウエーハ。
3. 抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ であるシリコンウエーハに酸素析出熱処理を行なって製造されたシリコンウエーハであって、残留格子間酸素濃度が $8\ \text{ppma}$ 以下であることを特徴とするシリコンウエーハ。
4. 抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25\ \text{ppma}$ であるシリコンウエーハであって、 $350 \sim 500^\circ\text{C}$ のデバイス製造熱処理を行なった後の抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上に維持されていることを特徴とするシリコンウエーハ。
5. ゲッタリング熱処理後またはデバイス製造熱処理後に内部欠陥密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}\ \text{ヶ}/\text{cm}^3$ であることを特徴とする請求項 3 または請求項 4 に記載のシリコンウエーハ。
6. 抵抗率が $100\ \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であるシリコンウエーハであって、格子間酸素濃度が $8\ \text{ppma}$ 以下であり、かつ内部欠陥密度が 1×1

$0.5 \sim 2 \times 10^{10}$ 個/cm³であることを特徴とするシリコンウエーハ。

7. 請求項 2 ないし請求項 6 のいずれか 1 項に記載されたシリコンウエーハをベースウエーハに用いた貼り合わせ S O I ウエーハ。

8. ボンドウエーハとベースウエーハとを酸化膜を介して密着させる工程と、結合熱処理を加えて強固に結合させる工程と、ボンドウエーハを薄膜化して S O I 層とする工程とを有する貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法において、前記ベースウエーハとして抵抗率が $1.00 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上で初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25 \text{ ppm}$ であるシリコンウエーハを用い、前記結合熱処理としてベースウエーハ中の残留格子間酸素濃度を 8 ppm 以下とする熱処理を行うことを特徴とする貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

15

9. 前記用いるベースウエーハを、該ベースウエーハとボンドウエーハとを密着させる工程の前に酸素析出熱処理の少なくとも一部を行ったウエーハとすることを特徴とする請求項 8 に記載の貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

20

10. 前記ベースウエーハに行う酸素析出熱処理の少なくとも一部を、該ベースウエーハの最終研磨前に行うことを特徴とする請求項 9 に記載の貼り合わせ S O I ウエーハの製造方法。

25

11. シリコンウエーハの製造方法において、チョクラルスキー法により初期格子間酸素濃度が $10 \sim 25 \text{ ppm}$ であるシリコン単結晶棒を育成して、該シリコン単結晶棒をウエーハに加工し、該ウエーハに酸素析出

熱処理を行なって、ウエーハ中の残留格子間酸素濃度を 8 p p m a 以下とすることを特徴とするシリコンウエーハの製造方法。

1 2 . 前記酸素析出熱処理を行って、ウエーハ中の残留格子間酸素濃度を
5 6 p p m a 以下とすることを特徴とする請求項 1 1 に記載のシリコンウエーハの製造方法。

1 3 . 前記酸素析出熱処理を、その初段において 1 1 0 0 °C 以上の高温熱
処理を行い、ウエーハ表面の格子間酸素を外方拡散させることによりウエー
10 ハ表面に D Z 層（無欠陥層）を形成させるように行うことを特徴とする
請求項 1 1 または請求項 1 2 に記載のシリコンウエーハの製造方法。

1 4 . 前記シリコンウエーハの酸素析出熱処理を、該ウエーハの最終研磨
前に行うことを特徴とする請求項 1、請求項 1 1 ないし請求項 1 3 のい
15 ずれか 1 項に記載のシリコンウエーハの製造方法。

1 5 . 請求項 1 1 ないし請求項 1 4 のいずれか 1 項に記載の製造方法により製造されたシリコンウエーハ。

20 1 6 . ウエーハ中の格子間酸素濃度が 8 p p m a 以下であり、かつ酸素析出物密度が $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{10}$ ケ / cm^3 であることを特徴とするシリコンウエーハ。

1 7 . 前記格子間酸素濃度が 6 p p m a 以下であることを特徴とする請求
25 項 1 6 に記載のシリコンウエーハ。

1 8 . 前記シリコンウエーハ中の酸素析出物が、2 0 0 n m 以上のサイズ

を有する多面体または 230 nm 以上のサイズを有する板状体であることを特徴とする請求項 16 または請求項 17 に記載のシリコンウエーハ。

19. 前記請求項 2 ないし請求項 6、請求項 15 ないし請求項 18 のいずれか 1 項に記載されたシリコンウエーハの表面にエピタキシャル層が形成されたエピタキシャルウエーハ。

図1

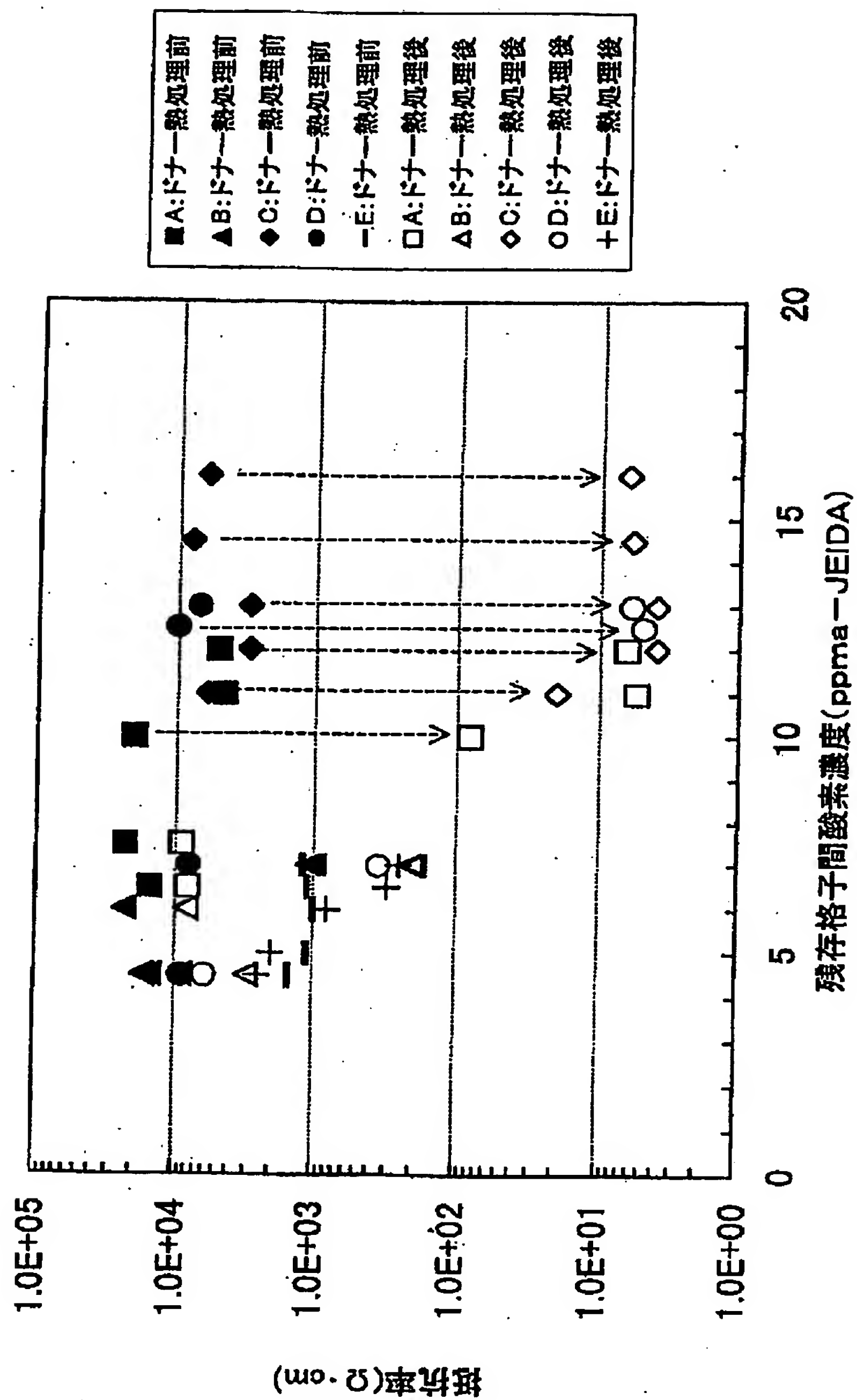
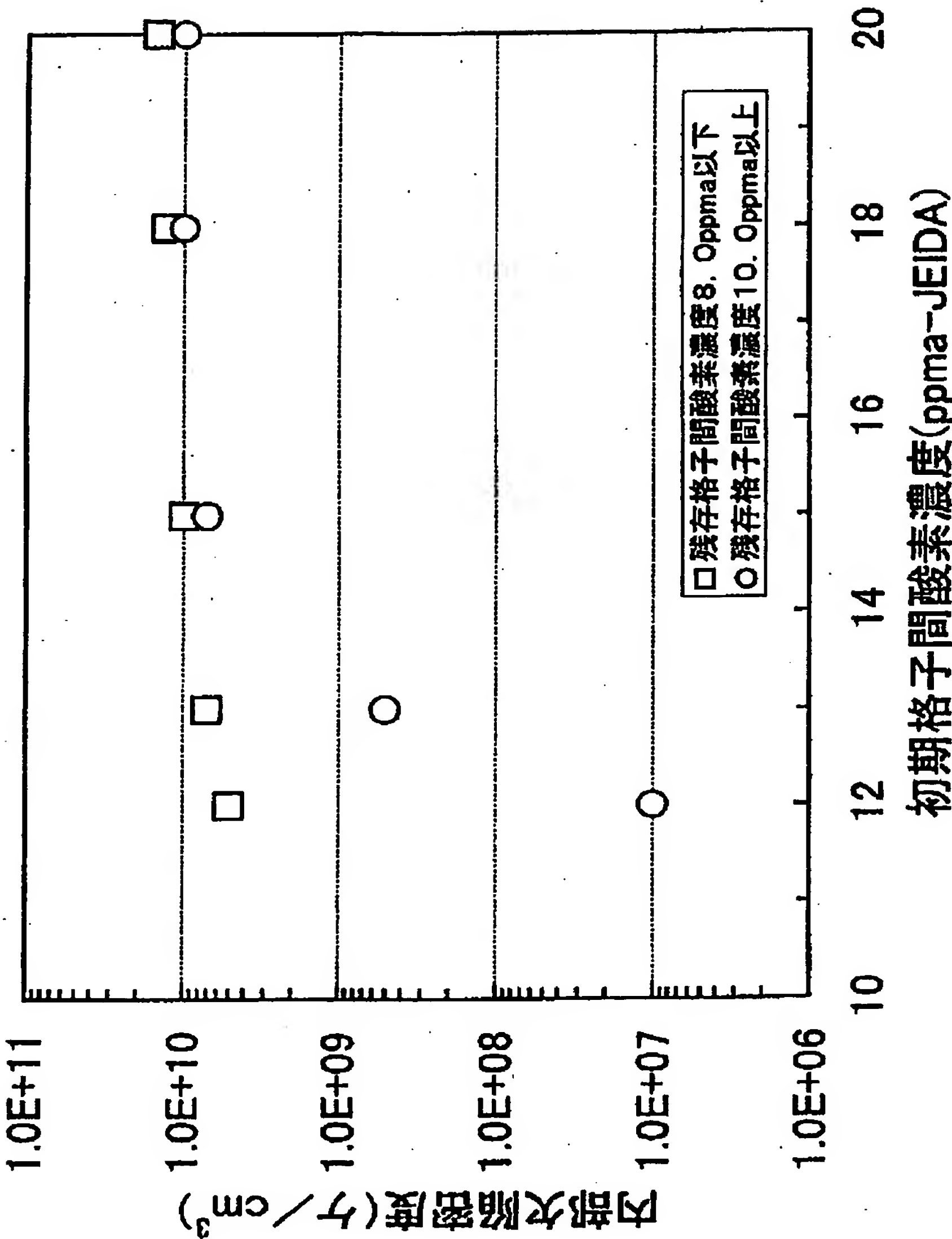
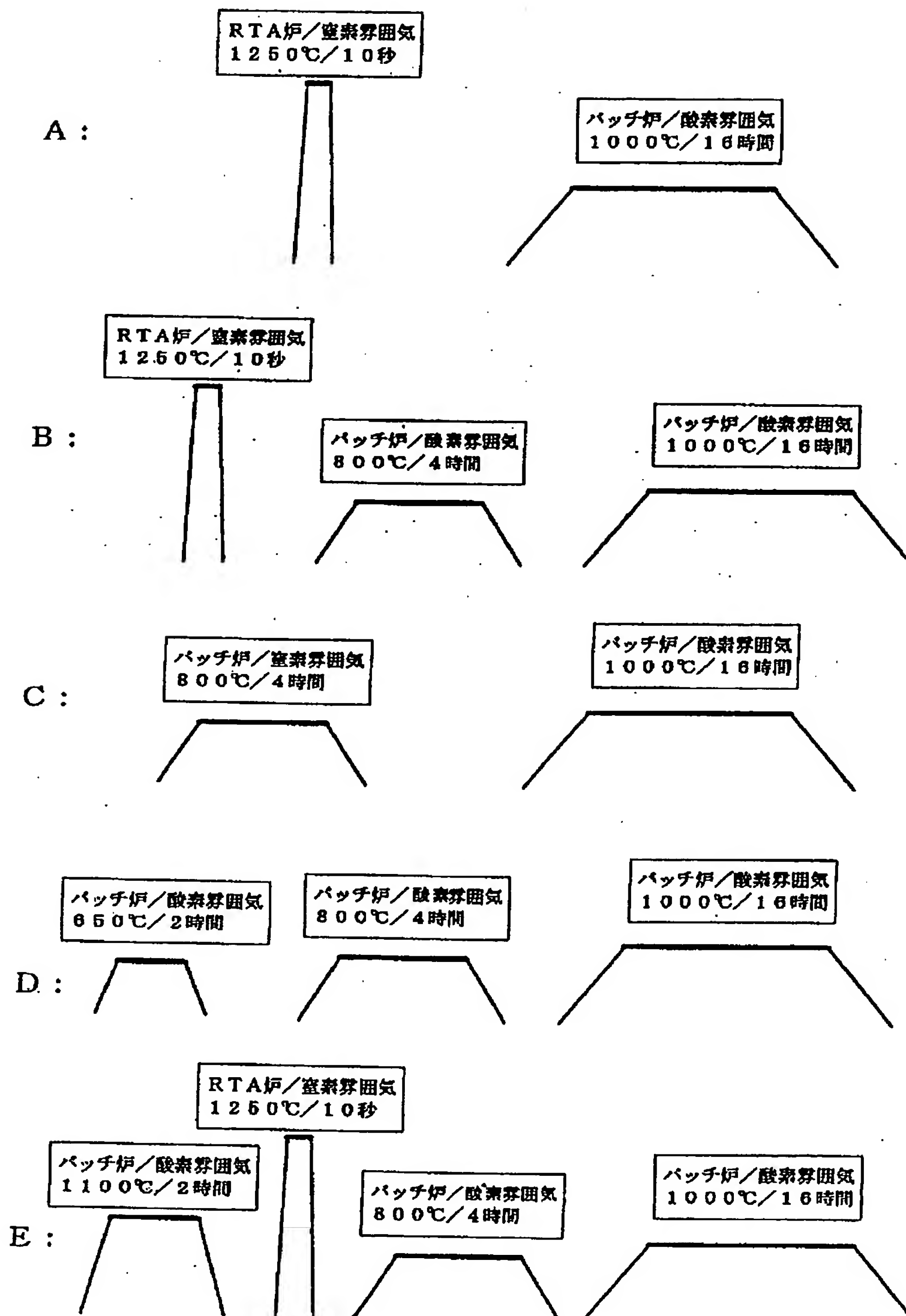


図 2



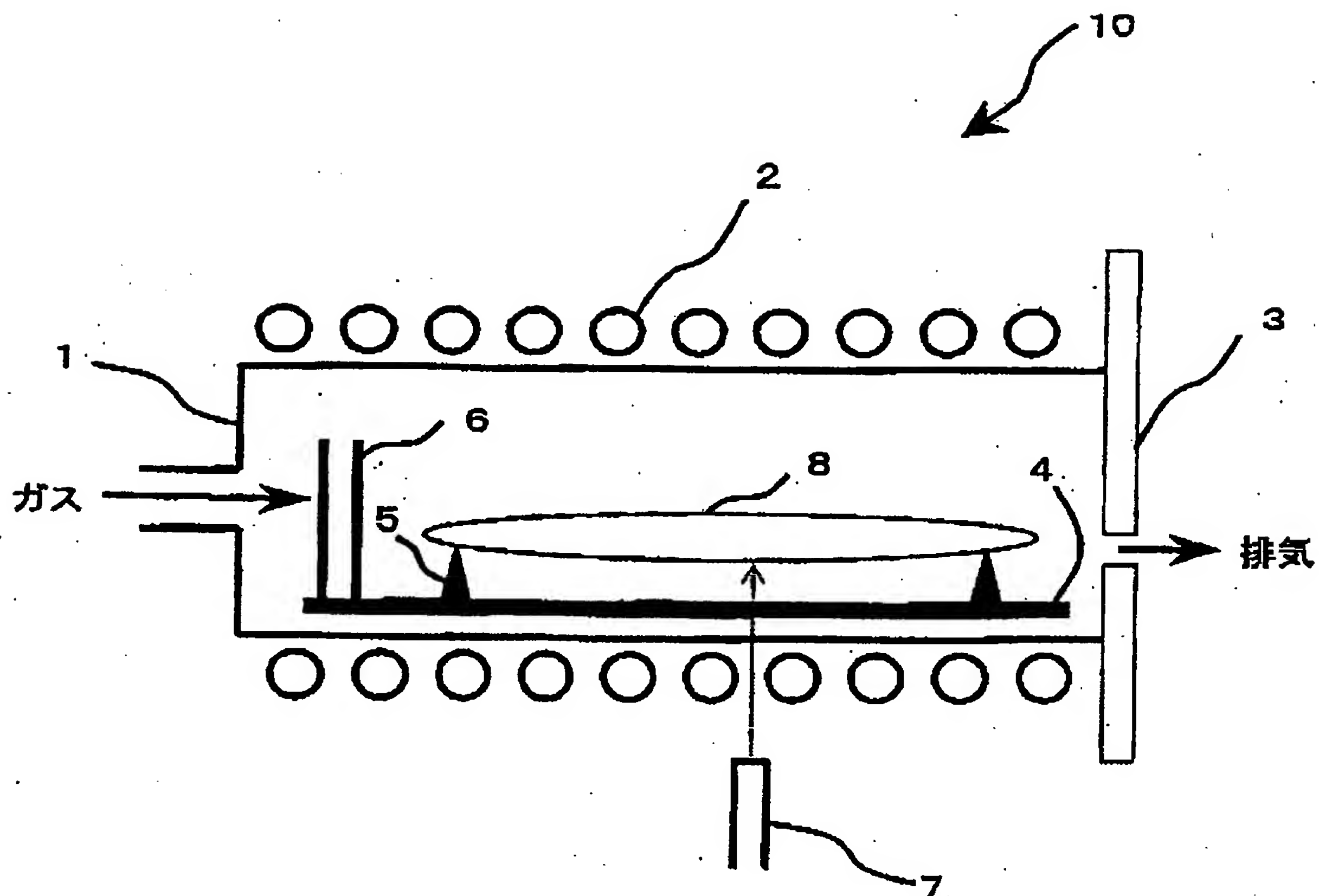
3 / 4

図 3



4 / 4

図 4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/01124

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C30B29/06, H01L21/322, H01L27/12

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00, H01L21/322-21/324, H01L27/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CAS ONLINE; resistance, concentration, wafer, interstitial
JICST

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP, 10-163220, A (Samsung Electron Co., Ltd.), 19 June, 1998 (19.06.98), Par. Nos. [0007] to [0008]; Fig. 1 & US, 5944889, A	11, 12, 14, 15, 19
A	JP, 63-090141, A (Sony Corporation), 21 April, 1988 (21.04.88), Claims (Family: none)	1-19

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
23 May, 2000 (23.05.00)

Date of mailing of the international search report
30 May, 2000 (30.05.00)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP00/01124

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B29/06, H01L21/322, H01L27/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C30B1/00-35/00, H01L21/322-21/324, H01L27/12

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2000年
日本国登録実用新案公報	1994-2000年
日本国実用新案登録公報	1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

CAS ONLINE; resistance, concentration, wafer, interstitial
JICST科学技術文献ファイル

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP, 10-163220, A (三星電子株式会社), 19.6月.1998 (19.06.98), 【0007】 ~ 【0008】 欄, 図1 & US, 5944889, A	11, 12, 14, 15, 19
A	JP, 63-090141, A (ソニー株式会社), 21.4月.1988 (21.04.88), 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-19

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23.05.00

国際調査報告の発送日

30.05.00

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十棲 毅

4G

9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record.

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.